

END OF SEARCH HISTORY

## WEST

### End of Result S t

Generate Collection Print

L2: Entry 63 of 63

File: DWPI

DERWENT-ACC-NO: 1972-55074T

**DERWENT-WEEK: 197235** 

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Flavouring agent - imparting a strawberry taste to foodstuffs

PATENT-ASSIGNEE:

**ASSIGNEE** 

CODE

FIRMENICH AND CIE

FIRM

PRIORITY-DATA: 1964CH-0016889 (December 31, 1964)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

CA 907405 A

000

DE 1793631 B

000

NL 152158 B

February 15, 1977

000

INT-CL (IPC): A23L 1/23; C07D 307/60

ABSTRACTED-PUB-NO: CA 907405A

BASIC-ABSTRACT:

<u>Strawberry-like flavour is imparted to foodstuffs such as ice-cream, confectionery, yoghourt, milk</u> drinks and carbonated beverages by adding 0.5-50 ppm of at least one cpd. of the formula:- (whhre R is H or 1-2C alkyl). A preferred <u>flavouring</u> agent comprises 25 wt. parts

2,5-dimethyl-3-hydroxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran, 20 parts alpha-methyl-butyric acid and 30 parts methyl alpha-methylbutyrate.

TITLE-TERMS: FLAVOUR AGENT IMPART STRAWBERRY TASTE FOOD

**DERWENT-CLASS: D13 E13** 

CPI-CODES: D03-H01B; E07-A01; E07-A02;

CHEMICAL-CODES:

61)

C 07 d, 5/10 A 23 I, 1/27

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Deutsche Kl.:

12 q, 24

53 k, 3/20

0

1793631 Offenlegungsschrift

2

Aktenzeichen:

P 17 93 631.1

2

Anmeldetag:

29. Dezember 1965

43

Offenlegungstag: 13. April 1972

Ausstellungspriorität:

(30)

Unionspriorität

32

Datum:

31. Dezember 1964

3 3 Land:

Aktenzeichen:

Schweiz 15889-64

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von Nahrungsmitteln und Getränken

Zusatz zu:

**@** 

Ausscheidung aus:

1 517 023

Anmelder:

Firmenich et Cie., Genf (Schweiz)

Vertreter gem. § 16 PatG:

Wirth, P., Dipl.-Ing.; Dannenberg, G. E. M., Dipl.-Ing.;

Schmied-Kowarzik, V., Dr.; Weinhold, P., Dr.; Gudel, D., Dr.;

Patentanwälte, 6000 Frankfurt

**@** 

Als Erfinder benannt:

Willhalm, Bruno, Dr., Chene-Bourg;

Thomas, Alan Francis, Dr., Vernier; Genf (Schweiz)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): Prüfungsantrag gemäß § 28 b PatG ist gestellt

DR. W. SCHALK · DIPL.-ING. P. WIRTH · DIPL.-ING. G. DANNENBERG DR. V. SCHMIED-KOWARZIK · DR. P. WEINHOLD · DR. D. GUDEL

6 FRANKFURT AM MAIN OR. ESCHENHEIMER STRASSE 39

> Fall 560/I SK/sie

# FIRMENICH & CIE. Genf (Schweiz)

(Ausscheidungsanmeldung aus P 15 17 023.7-42 vom 29. Dezember 1965)

Verfahren zur Herstellung von Nahrungsmitteln und Getränken

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Nahrungsmitteln und Getränken mit erdbeerartigem Geschmack und Geruch sowie ein Aromatisierungsmittel, das dazu bestimmt ist, Nahrungsmitteln bzw. Getränken einverleibt zu werden, um diesen einen erbeerartigen Geruch zu verleihen.

Es wurde gefunden, daß 2,5-Dimethyl-3-methoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran und 2,5-Dimethyl-3-æetoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran, die eigentümliche Eigenschaft besitzen, in sehr kleinen Konzentrationen in Nahrungsmitteln und Getränken einen erdbeerartigen Geschmack zu erzeugen.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Nahrungsmitteln und Getränken mit erdbeerartigem Geschmack und Aroma, welches Verfahren darin besteht, daß man Nahrungsmitteln bzw. Getränken mindestens eine Verbindung der Formel

in welcher R Methyl oder Acetyl bedeutet, als geschmackgebendes Mittel in geringer Konzentration einverleibt.

Der Begriff "Nahrungsmittel" wird in der vorliegenden Beschreibung im weiteren Sinn verwendet und soll auch die Genußmittel einschließen.

Das Aromatisierungsmittel gemäß der Erfindung ist gekennzeichnet durch einen Gehalt an mindestens einer Verbindung der obenstehenden Strukturformel.

Schon sehr kleine Mengen der gemäß der Erfindung verwendeten Geschmacksstoffe genügen, um in Nahrungsmitteln bzw. Getränken die gewünschten Geschmackseffekte hervorzurufen. Diese Mengen können in gewissen Grenzen schwanken und sind bedingt durch die Beschaffenheit des Nahrungsmittels bzw. Getränkes, das aromatisiert werden soll. Das 2,5-Dimethyl-3-methoxy- bzw. 3-acetoxy-4-oxo-4,5-dihydrofurankann beispielsweise in Mengen von 0,5 bis 50 Gewichtsteilen auf je 1 Million Gew.teile Nahrungsmittel bzw. Getränk verwendet werden. In den meisten Fällen wird man im Bereich von 1 bis 20 Gew.teilen des Geschmacksstoffes auf je 1 Million Gew.teile des Nahrungsmittels bzw, Getränkes gute Resultate erzielen.

Man kann dem Erbeergeschmack in Nahrungsmitteln und Getränken noch mehr Naturtreue verleihen, indem man außer einer Verbindung der obenstehenden Formel noch α-Methylbuttersäure und gegebenenfalls einen niederen Alkylester dieser Säure, z.B. den Methyl- oder Aethylester, verwendet. Ein ziemlich naturgetreues Erdbeeraroma kann man beispielsweise durch Verwendung eines Gemisches von 2,5 Dimethyl-3-methoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran, α-Methylbuttersäure und α-Methylbuttersäuremethylester im Mengenverhältnis von 25 zu 20 zu 30 Gew.teilen erzeugen.

Zur Erzeugung eines abgerundeten Erdbeergeschmackes kann man zusätzliche Geschmacksstoffe zu Hilfe nehmen. Man kann beispielsweise 2,5-Dimethyl-3-methoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran zusammen mit mindestens einer Verbindung wenigstens einer der folgenden Stoffklassen verwenden;

- (a) niedere Fettsäuren, zweckmäßigerweise mit bis zu
   6 Kohlenstoffatomen, beispielsweise Buttersäure,
   Diäthylessigsäure, α-Methylbuttersäure, n-Valeriansäure, Isobuttersäure, Capronsäure, etc.;
- (b) niedere Alkylester der unter (a) genannten Säuren, zweckmäßigerweise Ester mit Alkanolen, die bis zu 6 Kohlenstoffatome enthalten, beispielsweise die Methyl-, Äthyl-, n-Propyl-, Isopropyl-, n-Butyl- und Isobutyl-Ester;
- (c) niedere Alkylester der Zimtsäure, zweckmäßigerweise Ester mit Alkanolen, di bis zu 6 Kohlenstoffatome nthalten, beispielsw ise di Methyl-, Aethyl-,

Same in the same

n-Propyl-, Isopropyl-, n-Butyl und Isobutyl-Ester der Zimtsaure;

- (d) Lactone von aliphatischen γ- und δ-Hydroxycarbonsäuren, beispielsweise mit 8 bis 12 Kohlenstoffatomen; und
- (e) gesättigte oder ungesättigte aliphatische Aldehyde, beispielsweise Hexanal, Hexen-(2)-al, Hexen-(3)-al, etc.

Die Einverleibung der geschmackgebenden Stoffe in die Nahrungsmittel bzw. Getränke kann nach den in der Aromenindustrie üblichen Methoden durchgeführt werden, insbesondere durch Verwendung genießbarer Lösungs- oder Verdünnungsmittel, z.B. Alkohol oder Triacetin, zwecks Verdünnung und gleichmäßiger Verteilung der Geschmacksstoffe.

Alle Nahrungsmittel und Getränke, denen üblicherweise mittels natürlicher oder künstlicher Aromen Erdbeergeschmack verliehen wird, können nach dem erfindungsgemäßen Verfahren aromatisiert werden, beispielsweise Speiseeis, Cremen, Zuckerwaren, Konfiseriewaren, Yoghurt, Milchgetränke, Sirupe, kohlensäurehaltige Getränke, etc. Das Aromatisierungsmittel gemäß der Erfindung kann auch zur Verbesserung des Geschmacks von Arzneimitteln verwendet werden.

Das zur Herstellung des erfindungsgemäßen Aromatisierungsmittel verwendete 2,5-Dimethyl-3-methoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran kann wie folgt erhalten werden: Eine Lösung von 5 g 2,5-Dimethyl-3-hydroxy-4-oxo-4,5-di-hydrofuran in 10 cc Methanol wurde mit einem Überschuß an ätherischem Diazomethan behandelt. Die Reaktion trat augenblicklich ein. Nach einer Stunde wurde das Reaktionsgemisch unter vermindertem Druck eingeengt, worauf der Rückstand destilliert wurde. Man erhielt auf diese Weise 3,1 g des bei 42° C/O,4 mm Hg siedenden Methyläthers.

Das 2,5-Dimethyl-3-acetoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran kann wie folgt dargestellt werden:

0,25 g 2,5-Dimethyl-3-hydroxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran wurden in 5 cc Pyridin abs. und 0,3 cc Essigsäureanhydrid gelöst. Das Reaktionsgemisch wurde bei 0°C während 24 Std. sich selbst überlassen und anschließend unter vermindertem Druck bei 50°C eingeengt. Durch Destillation des Rückstandes wurde 0,28 g des bei 70° C/0,1 mm Hg siedenden Acetats erhalten.

# Beispiel 1

Aus 1 Liter Milch, 5 Eigelb und 250 g Feinzucker wurde Speiseeis hergestellt, indem die Milch gekocht, das mit Zucker verrührte Eigelb mit der Milch vermischt und die Mischung auf kleiner Flamme weitergekocht wurde, bis die Masse genügend eingedickt war. Die Masse wurde dann durch ein Spritzsieb gegossen und gekühlt. Nach Zugabe des Aromas wurde die Masse in der Eismaschine fertig zubereitet.

Als Aroma diente eine 0,5 %ig Lösung von 2,5-Dimethyl-3-meth xy-4-oxo-4,5-dihydrofuran in Triacetin. Di se Lösung wurde im Verhältnis von 200 g auf je 100 kg Speiseeismasse verwendet. Das fertige Speiseels wurde mehreren Versuchspersonen zum Kosten gegeben, die herauszufinden hatten, welchen Geschmack das Speiseels hatte. Alle Versuchspersonen stellten ohne Zögern einen starken Erdbeergeschmack fest.

In den nachfolgenden Beispielen sind einige Aromatisierungsmittel beschrieben, die außer 2,5-Dimethyl-3-methoxy4-oxo-4,5-dihydrofuran noch zusätzliche Geschmacksstoffe
enthalten. Mit diesen Aromatisierungsmitteln kann man in
Nahrungsmitteln und Getränken einen dem natürlichen Erdbeeraroma noch näher kommenden Geschmack erzeugen.

#### TABELLE

	Beisp. 2	Beisp. 3	Beisp. 4	Beisp. 5
2,5-Dimethyl-3-methoxy- 4-oxo-4,5-dihydrofuran		50	25	100
Capronsäure	40	40		
Aethylbutyrat	50	50		
	. •		20	20
Aethyl-&-methylbutyrat		•	30	30
Triacetin	885	860	925	850
	1000	1000	1000	1000

Die Zahlen in dieser Tabelle bedeuten

Gewichtsteile.

#### Beispiel 6

Es wurde ein Erdbeerar me gemäß der Vorschrift von J. MERORY, Seit 187 in "Food Flavorings", 1960, The AVI Publishing Company, Inc., Westport, Connecticut, hergestellt. Dieses Aroma hatte die folgende Zusammensetzung:

Heptancarbonsäure- äthylester	0.80 g.
Birkenrindenessenz	0.80 g.
Undecalacton	2.10 g.
Isobuttersäure-cinnamylester	2.40 g.
Aethylvanillin	2.60 g.
Maltol	3.00 g.
Isovaleriansäure-cinnamylester	3.20 g.
	a ka -
Dipropylketon	3.40 g.
Diacetyl	6.00 g.
Methyl-amyl-keton	5.00 g.
valeriansäure-äthylester	21.20 g.
Valeriansaure-aufyzote Methyl-phenyl-glyzidsäure-äthylester	23.15 g.
	43.20 g.
Milchsäure-äthylester	100.00 g.
Alkohol, 95°	
Propylenglykol	<u>783.15 g.</u>
	1000.00 g.

Dieses Aroma wurde mit Propylenglykol wie folgt verdünnt:

	<u>Gewichtsteile</u>
Aroma gemäß MERORY	100
Propylenglykol	900
Aromatisierungsmittel A	1000

Ein zweites Aromatisierungsmittel (B) wurde durch Zugabe einer kleinen Menge 2,5-Dimethyl-3-methoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran zu dem Aroma gemäß MERORY wie folgt hergestellt:

•	<u>Gewichtsteile</u>
Aroma gemäß MERORY	100
2,5-Dimethyl-3-methoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran	4
Propylenglykol	896
Aromatisierungsmittel <u>B</u>	1000

Eine Portion eines gemäß Beispiel 1 hergestellten Speiseeines wurde mit dem Aromatisierungsmittel A aromatisiert
(Speiseels I). Einer zweiten Portion des gemäß Beispiel 1
hergestellten Speiseelses wurde das Aromatisierungsmittel
B einverleibt (Speiseels II). Beide Aromatisierungsmittel
wurden im Gewichtsverhältnis von 200 g auf je 100 kg fertiges Speiseels verwendet.

Proben der beiden Speiseeissorten I und II wurden 34 Versuchspersonen zum Kosten vorgesetzt. Die Versuchspersonen hatten erstens herauszufinden, mit welcher Art von Fruchtaroma die beiden Speiseeissorten I und II aromatisiert waren, und zweitens auszusagen, welche der beiden Speiseeissorten sie bevorzugten. 32 von insgesamt 34 Versuchspersonen erkannten ohne Zögern den Erdbeergeschmack. 28 der 34 Versuchspersonen zogen mit Bestimmtheit die Speiseeissorte II vor und erklärten, daß diese letztere ein angenehmeres und abgerundeteres Aroma besitze. Das Erdbeeraroma der Speiseeissorte II wurde von den meisten Versuchspersonen als viel natürlicher und charakteristisch r mpfunden.

### Patentansprüche

Verfahren zur Herstellung von Nahrungsmitteln und Getränken mit erdbeerartigem Geschmack und Geruch, dadurch gekennzeichnet, daß man Nahrungsmitteln bzw.
 Getränken eine Verbindung der Formel

in welcher R für einen Methyl- oder Acetylrest steht limethist.

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als geschmackgebendes Mittel 2,5-Dimethyl-3-methoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran verwendet.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man 2,5-Dimethyl-3-acetoxy-4-oxo-4,5-dihydrofuran verwendet.
- 4. Verfahren nach Anspruch 1 3, dadurch gekennzeichnet, daß man das Aromatisierungsmittel in Mengen von etwa 0,5 bis 50, vorzugsweise 1 bis 20 Gew.teilen auf je 1 Million Gew.teile Nahrungsmittel bzw. G tränk v rwendet.

- 5. Verfahren nach Anspruch 1 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als zusätzliches geschmackgebendes Mittel α-Methylbuttersäure und/oder einen niederen Alkylester der α-Methylbuttersäure, z.B. den Methylester, verwendet.
- 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man zusätzlich mindestens eine Verbindung wenigstens einer der folgenden Stoffklassen:
  - (a) niedere Fettsäuren
  - (b) niedere Alkylester von niederen Fettsäuren
  - (c) niedere Alkylester der Zimtsäure
  - (d) μ und δ-Lactone von aliphatischen Hydroxycarbonsäuren
  - (e) gesättigte und ungesättigte aliphatische Aldehyde

in geringer Konzentration als geschmackgebende Mittel einverleibt.

7. Aromatisierungsmittel, das bestimmt ist, Nahrungsmitteln bzw. Getränken einverleibt zu werden, um diesen einen erdbeerartigen Geschmack und Geruch zu verleihen, gekennzeichnet durch einen Gehalt an mindestens einer Verbindung der Formel

in w 1cher R für ine Methyl- oder Acetylgruppe steht.

- 8. Aromatisierungsmittel nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß es als zusätzlichen geschmackgebenden Stoff α-Methylbuttersäure und/oder einen niederen Alkylester der α-Methylbuttersäure, z.B. den Methylester enthält.
- 9. Aromatisierungsmittel nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich mindestens eine Verbindung wenigstens einer der folgenden Stoffklassen:
  - (a) niedere Fettsäuren
  - (b) niedere Alkylester von niederen Fettsäuren
  - (c) niedere Alkylester der Zimtsäure
  - (d) y- und 6-Lactone von aliphatischen Hydroxycarbonsäuren
  - (e) gesättigte und ungesättigte aliphatische Aldehyde

enthält.

10. Verbindungen der Formel

in welcher R für eine Methyl- oder Acetylgruppe steht.

Dor latentanualt

Afferman